

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-254336

(43)公開日 平成6年(1994)9月13日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

B 0 1 D 53/04

C 0 1 B 13/02

識別記号

B

庁内整理番号

A 9152-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数45 F D (全 18 頁)

(21)出願番号 特願平5-309889

(22)出願日 平成5年(1993)11月16日

(31)優先権主張番号 07/976878

(32)優先日 1992年11月16日

(33)優先権主張国 米国 (U S)

(71)出願人 591035368

エアー・プロダクツ・アンド・ケミカル  
ス・インコーポレーテッド

AIR PRODUCTS AND CH  
EMICALS INCORPORATE  
D

アメリカ合衆国、18195-1501、ペンシル  
バニア州、アレントウン、ハミルトン、ブ  
ールバード、7201

(74)代理人 弁理士 押田 良久

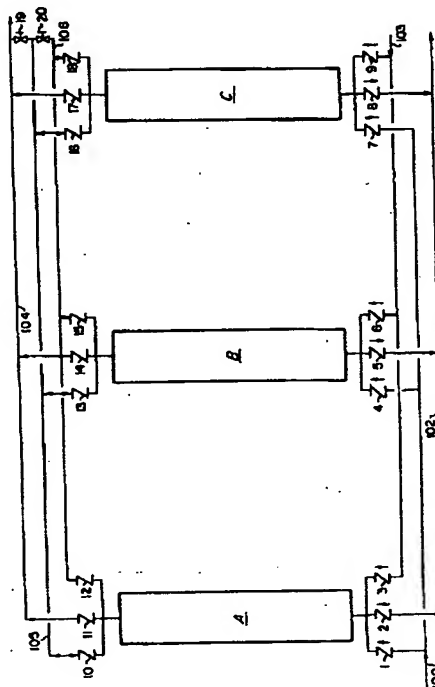
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法

(57)【要約】

【目的】 多数の吸着床を用いた真空スイング吸着方法により混合ガスからガス成分を分離取得するに際し、生産ガスを高回収率、且つ生産量当たりの吸着剤の使用量や電力消費量を少なくし得るような操作方法を提供する。

【構成】 容易吸着性ガス成分を選択的に吸着し得る吸着剤を充填した複数個の吸着床を使用し非容易性ガス成分を製品として取得するに際し、掃気ガスを供給するための最初の減圧操作の後に、複数個の吸着床における向流的な排気工程に重複するようにして、少なくとも2個の吸着床を同時に排気した向流的な排気ガスと、吸着床を再加圧するための非容易吸着性ガス成分と供給ガスとの混合ガスを組み合わせて使用して吸着床間の圧力平準化操作を行なうことにより、高い回収率で成分ガス製品を得るようにしたものである。



**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】 容易吸着性ガス成分を選択的に吸着することのできる吸着剤を充填した複数個の吸着床において、複数のガス成分を含む混合ガスからの容易吸着性ガス成分を非容易吸着性ガス成分から選択的に分離する方法であって、

(a) 容易吸着性ガス成分と非容易吸着性ガス成分とを含む供給ガスを、高圧下において、該容易吸着性ガス成分を選択的に吸着する吸着剤を充填した第 1 の吸着床の入口に導入し、容易吸着性ガス成分を該吸着剤に吸着させると同時に非容易吸着性ガス成分を未吸着のまま該第 1 の吸着床を通過させる操作を、容易吸着ガス成分の吸着が吸着床の出口に達するようになるまで行なわせた後、該混合供給ガスの導入を停止する工程、

(b) 該供給ガスの該第 1 の吸着床への導入の停止に引き続いて、中間処理工程を経ることなく、該吸着床を低圧に減圧しながら該混合ガスを該第 1 の吸着床から並流的に除去し、該複数個の吸着床における他の吸着床の出口に低圧で向流的に流して該他の吸着床から該容易吸着性ガス成分を掃気する工程、

(c) 真空状態下の該第 1 の吸着床を向流的に排気して、該容易吸着性ガス成分を極く低圧でさらに除去する工程、

(d) 工程 (b) での該複数個の吸着床における他の吸着床からの減圧された並流的な混合ガスで該第 1 の吸着床を向流的に掃気して該第 1 の吸着床から容易吸着性ガスをさらに十分に除去する工程、

(e) 工程 (a) での該複数個の吸着床における他の吸着床からの非容易性ガス成分と供給ガスとで該第 1 の吸着床を再加圧する工程からなり、

(f) 各複数個の吸着床において、工程 (a) から (e) までを連続して行なうことを特徴とする真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 2】 該吸着床は、先ず供給混合ガスで再加圧され、次いで該非容易吸着性ガス成分で再加圧される請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 3】 該吸着床は、常圧の供給混合ガス及び高圧の供給混合ガスで再加圧される請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離方法。

【請求項 4】 該吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスで再加圧され、次いで非容易吸着性ガス成分で再加圧される請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 5】 該吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスで再加圧され、次いで高圧の供給混合ガスで再加圧され、最後に非容易吸着性ガス成分で再加圧される請求項 3 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 6】 該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分で再加圧され、次いで供給混合ガスで再加圧される請求

項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 7】 該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分で再加圧され、次いで常圧の供給混合ガスで再加圧される請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 8】 該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分で再加圧され、次いで常圧の供給混合ガスで再加圧され、最後に高圧の供給混合ガス成分で再加圧される請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離方法。

【請求項 9】 該吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び供給混合ガスを同時に用いて再加圧される請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 10】 該吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び常圧の供給混合ガスで同時に再加圧される請求項 9 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 11】 該吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び高圧の供給混合ガスで同時に再加圧される請求項 9 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 12】 該供給混合ガスは空気であり、該容易吸着性ガス成分は窒素であり、該非容易吸着性ガス成分は酸素である請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 13】 並流による減圧を終了した吸着床は、複数個の吸着床のうちの向流による掃気を終了した他の吸着床の圧力平準化を行なうためにさらに並流による減圧を行なう請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 14】 全工程を 2 個の吸着床で行なう請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 15】 全工程を少くとも 4 個の吸着床で行ない、同時に少くとも 2 個の吸着床で工程 (a) を行なう請求項 1 記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項 16】 容易吸着性ガス成分を選択的に吸着することのできる吸着剤を充填した複数個の吸着床において、複数のガス成分を含む混合ガスから容易吸着性ガス成分を非容易吸着性ガス成分から選択的に分離する方法であって、

(a) 容易吸着性ガス成分と非容易吸着性ガス成分とを含む供給ガスを、高圧下において、該容易吸着性ガス成分を選択的に吸着する吸着剤を充填した第 1 の吸着床の入口に導入し、容易吸着性ガス成分を該吸着剤に吸着させると同時に非容易吸着性ガス成分を未吸着のまま該第 1 の吸着床を通過させる操作を、容易吸着ガス成分の吸着が吸着床の出口に達するようになるまで行なわせた後、該混合供給ガスの導入を停止する工程、

(b) 該供給ガスの該第 1 の吸着床への導入の停止に引き

続いて、中間処理工程を経ることなく、該吸着床を低圧に減圧しながら該混合ガスを該第1の吸着床から並流的に除去し、該複数個の吸着床における第2の吸着床の出口に低圧で向流的に流して該他の吸着床から該容易吸着性ガス成分を掃流する工程、

(c) 該第1の吸着床からさらに該混合ガスを除去するため、該複数個の吸着床のうち(e)工程での向流的掃気を終えた他の吸着床と該第1の吸着床との圧力平準化を行なうために、該第1の吸着床を並流的に減圧する工程、

(d) 真空状態下の該第1の吸着床を向流的に排気して、該容易吸着性ガス成分を極く低圧でさらに除去する工程、

(e) 該第1の吸着床から容易吸着性ガスをさらに十分に除去するために、該複数個の吸着床のうちの工程(b)を行なった他の吸着床からの並流的な減圧混合ガスで該第1の吸着床を向流的に掃流する工程、

(f) 該第1の吸着床と該複数個の吸着床のうちの工程(c)の並流的な減圧化を行なった他の吸着床とをより高い圧力で向流的に圧力平準化する工程、

(g) 該第1の吸着床を、該複数個の吸着床のうちの工程(a)を行なった他の吸着床からの非容易性ガス成分及び供給ガスとで再加圧する工程、

(h) 複数個の吸着床の各吸着床において、工程(a)から工程(g)までを連続して行なうことを特徴とする真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項17】 該吸着床は、先ず供給混合ガスにより再加圧され、次いで該非容易吸着性ガス成分により再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項18】 該吸着床は、常圧の供給混合ガス及び高圧の供給混合ガスにより再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項19】 該吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスにより再加圧され、次いで非容易吸着性ガス成分により再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項20】 該第1の吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスにより再加圧され、次いで高圧の供給混合ガスにより再加圧され、最後に非容易吸着性ガス成分により再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項21】 該第1の吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分により再加圧され、次いで供給混合ガスにより再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項22】 該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分により再加圧され、次いで常圧の供給混合ガスにより再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項23】 該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分により再加圧され、次いで常圧の供給混合ガスにより再加圧され、最後に高圧の供給混合ガス成分により再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項24】 該第1の吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び供給混合ガスを同時に用いて再加圧される請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項25】 該供給混合ガスは空気であり、該容易吸着性ガス成分は窒素であり、該非容易吸着性ガス成分は酸素である請求項14記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項26】 工程(c)における他の吸着床と圧力平準化のための並流による減圧を行なうと同時に該第1の吸着床の向流による排気を開始する請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項27】 全工程を2個の吸着床で行なう請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項28】 全工程を少くとも4個の吸着床で行ない、同時に少くとも2個の吸着床で工程(a)を行なう請求項16記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項29】 窒素を選択的に吸着する3個の吸着床において、空気中の窒素を酸素から選択的に分離する方法であって、

(a) 供給空気を、高圧下において、窒素を選択的に吸着する吸着剤を充填した第1の吸着床の入口に導入し、窒素を該吸着剤に吸着させると同時に酸素を未吸着のまま該第1の吸着床を通過させる操作を、該吸着剤による窒素の吸着が吸着床の出口端に達するようになるまで行なわせた後、該空気の第1の吸着床への導入を停止する工程、

(b) 空気の該第1の吸着床への導入停止に引き続いて、中間処理工程を経ることなく、該吸着床を並流的に減圧して空腔介在ガス及び酸素を該第1の吸着床から除去し、該空腔介在ガス及び酸素を3個の吸着床のうちの他の吸着床の出口に低圧で流して該他の吸着床から該窒素を向流的に掃気する工程、

(c) 該第1の吸着床からさらに該空腔介在ガスと窒素を除去するため、3個の吸着床のうちの(e)工程での向流的な掃気を終えた他の吸着床と該第1の吸着床との圧力平準化を行なうために、該第1の吸着床を並流的に減圧する工程、

(d) 該第1の吸着床を真空状態になるように向流的に排気して、該空腔介在ガス及び窒素を極く低圧でさらに除去する工程、

(e) 該第1の吸着床から空腔介在ガス及び窒素をさらに十分に除去するために、該4個の吸着床のうちの工程

(b)を行なった他の吸着床からの並流的に減圧化された空腔介在ガス及び窒素ガスで該第1の吸着床を向流的に掃気する工程、

(f) 該第1の吸着床及び該3個の吸着床のうちの工程

(c)の並流的な減圧化を行なった他の吸着床をより高い圧力で向流的に圧力平準化する工程、

(g) 該第1の吸着床を、該4個の吸着床のうちの工程

(a)を行なった他の吸着床からの酸素及び供給空気とで再加圧する工程、

(h) 該3個の吸着床の各吸着床において、工程(a)から工程(g)までを連続相下で行なうことを特徴とする真空スイング吸着法によるガス成分の分離法。

【請求項30】 該吸着床は、先ず供給空気で再加圧され、次いで該非容易吸着性ガス成分で再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着法によるガス成分の分離法。

【請求項31】 該吸着床は、さらに常圧の空気で再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着法によるガス成分の分離法。

【請求項32】 該吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスで再加圧され、次いで非容易吸着性ガス成分で再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項33】 該吸着床は、先ず常圧の供給空気で再加圧され、次いで高圧の供給空気で再加圧され、最後に非酸素で再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項34】 該吸着床は、先ず酸素で再加圧され、次いで供給空気で再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項35】 該吸着床は、先ず酸素により再加圧され、次いで常圧の供給空気により再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項36】 該吸着床は、先ず酸素により再加圧され、次いで常圧の供給空気により再加圧され、最後に高圧の供給空気により再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項37】 該吸着床は、酸素及び供給空気を同時に用いて再加圧される請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項38】 該供給空気の圧力は、14～30 psiaの範囲である請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項39】 該供給空気の圧力は、14～24 psiaの範囲である請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項40】 該吸着床の排気終了時の圧力は、1～10 psiaの範囲である請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項41】 該吸着床は、酸素及び常圧の供給空気を同時に用いて再加圧する請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項42】 該吸着床は、酸素及び高圧の供給空気を同時に用いて再加圧する請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項43】 工程(c)における他の吸着床と圧力平準化するための並流による減圧を行なうと同時に該第1の吸着床の向流による排気を開始する請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項44】 全工程を2個の吸着床で行なう請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【請求項45】 全工程を少なくとも4個の吸着床で行ない、同時に少なくとも2個の吸着床で工程(a)を行なう請求項29記載の真空スイング吸着方法によるガス成分の分離法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ほぼ供給圧力において非容易吸着性ガス成分の高い回収率を以て、混合ガス中の容易吸着性ガス成分を非容易吸着性ガス成分から分離するための圧力スイング吸着法に関し、より具体的には掃気ガスを供給するための並流減圧を行なった後、圧力平準化及び混合再加圧を行なうことにより酸素を非吸着生産物として空気から高収率で回収するために行なわれる空気分離用圧力スイング吸着法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 酸素は、排水処理、ガラス溶融炉、鉄鋼産業等の数多くの利用分野を有するので、工業ガス産業における重要な化学製品である。酸素生産のための最も一般的な製造方法は空気の低温蒸留法である。しかしながら、この方法は、酸素の極く小規模な生産(日産量100トン以下)には適さない。この生産規模において使用される方法は吸着法であり、吸着ガス分離法によって低い投下資本及び低いエネルギーコストで酸素を生産する技術が求められている。

【0003】 このように日産量100トン以下の小規模な酸素生産工場においては、吸着法が広く使用されているが、この吸着法には大きく分けて、圧力スイング吸着(PSA)法と温度スイング吸着(TSA)法の2つの方法が存在する。圧力スイング吸着法は、常圧よりも高い圧力で吸着工程を行ない、常圧に近い圧力で吸着剤の再生と成分ガスの分離とを行なう方法であり、吸着床は、サイクル中において圧力平準化、減圧、排出、掃気あるいはこれらの組み合わせた二次的工程を経て操作される。

【0004】 O<sub>2</sub>-PSA法の幾つかの先行技術例が、米国特許第3,430,418号、第3,636,679号、第3,717,974号、第3,738,087

号、第4,326,858号、第4,329,158号、第4,589,888号、第4,650,501号、第4,948,391号、第4,969,935号、第4,981,499号及び英国特許第2,227,685A等に記載されている。

【0005】これらの方法は、エネルギー集約的な傾向があり、日産量が40トン以下、好ましくは日産量20トン以下の小規模な酸素生産プラントに用いるのに適している。O<sub>2</sub>-PSA法の1つに、急速加圧スイング吸着(RPSA)法がある。名称が示すように、該方法は、PSA法と同様な工程を採るが、これらの工程を急速に実施するようにする。該方法の例としては、米国特許第4,194,892号及び4,406,675号が挙げられる。そしてこの方法は、PSA法に比べてさらにエネルギー集約的であり、一層小規模生産に適している。

【0006】PSA法が高エネルギー消費を必要とする理由は、(1)該方法によるO<sub>2</sub>の収率が低いこと、

(2)全供給ガス流を吸着適用圧力になるまで圧縮する必要があるからである。そしてこの非効率性を回避する方法として、真空スイング吸着法がある。この方法においては、吸着は常圧に近い圧力で行なわれ、吸着剤の再生(脱着)は常圧以下の圧力水準で行なわれる。吸着床には、酸素の収率増加と生産ガスの単位量当たりの吸着剤の使用量を減少させることを目的として、幾つかの二次的工程が適用される。

【0007】米国特許第3,957,463号には、吸着工程、排気工程及び生産ガス再加圧工程からなるO<sub>2</sub>-VSA法が記載されている。該方法は、各装置に2個の吸着床を持った2個の装置から成り立っており、各装置のガス供給端における吸着床では空気中の水と二酸化炭素を放出し、ガス生産端においては空気中の窒素を放出する。そして生産された酸素は、タンク中に再加圧して貯蔵される。

【0008】英国特許第1,559,325号には、2乃至3個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法に付いての記載がある。2個の吸着床を有するO<sub>2</sub>-VSA法は、吸着工程、排気工程、生産ガス再加圧工程からなり、排気工程中に吸着床を掃気する工程及び吸着工程において吸着床で連続的に生産されたガスで排気した後、掃気したガスを再加圧する工程が付加されている。又3個の吸着床を有するO<sub>2</sub>-VSA法においても同様の工程を採るが、吸着工程の終了に際して吸着床から発生する全排気ガスを生産ガスの再加圧を終了した吸着床に供給し、空気の供給工程が容易に行なわれるようにする工程が付加されている。第2の吸着床からの排気ガスも又酸素製品として取り出される。この3個の吸着床を有する吸着方法においては真空ポンプは連続的に運転され、又製品も連続的に取り出される。

【0009】又、さらに英国特許第1,594,454

号には上記英国特許第1,559,325号によるO<sub>2</sub>-VSA法の制御方法について記載されている。

【0010】特開昭59-255060号には、4個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法についての記載がある。該方法は、吸着、ガス流減圧、排気、真空掃気、圧力平準化の諸工程からなっている。そして該方法においては、ガス流減圧工程において得られたガスは、圧力平準化工程に用いられ、その後真空掃気工程が行なわれる。

【0011】英国特許出願第GB2,154,895A号には、吸着、ガス流減圧、排気、真空掃気、圧力平準化、及びガス生産端での再加圧を圧力平準化と同時にこなう3個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法についての諸工程が記載されている。減圧ガス流は圧力平準化工程と真空掃気工程に使用される。

【0012】特開昭59-35141号には、吸着、連続掃気を伴う排気、及び再加圧の諸工程からなる3個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法が記載され、該方法では、真空掃気及び再加圧は生産された酸素で行なわれている。

【0013】英国特許第GB2,109,266B号には、吸着、掃気ガスの供給、排気、真空掃気、及び生産ガスの再加圧の諸工程からなる3個もしくは4個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法について記載されている。この方法においては、吸着工程を終了した吸着床の再加圧ガス流によるか、吸着工程での吸着床へのガス供給を継続することにより掃気工程での掃気ガスの供給を行なうが、該吸着床からの全ての排気を真空排気工程の吸着床に向かわせるようにしている。

【0014】米国特許第3,986,849号には、吸着工程で同時多重的に吸着床を用いるが、他の工程においては、並行する吸着床を次々と重複しないで用いるようなVSA法について記載している。

【0015】米国特許第4,614,525号供給混合ガスを真空ポンプで熱交換を行なうことによって加熱するようにしたO<sub>2</sub>-VSA法の改善方法について記載されている。

【0016】米国特許第4,684,377号には、吸着、排気と同時にこなわれるガス流減圧、掃気、同時ガス流減圧を行なった吸着床における生産端からのガスによる生産端間の圧力平準化、排気及び生産ガスの再加圧の諸工程からなる3個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法が記載されている。

【0017】米国特許第4,756,723号には、酸素製品の吸着を常圧より高い加圧状態において行ない、続いて向流による減圧、掃気及び生産ガスの吸着適用圧力への再加圧を行なう方法について記載されている。向流による減圧中における排出ガスの一部は、生産ガス再加圧工程の前に吸着床の圧力平準化のために使用される。

【0018】米国特許第4,917,710号には、生

産ガス貯蔵タンク付きの2個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法についての記載がある。該方法は、吸着、ガス流減圧、同時化されたガス流減圧と排気、排気、生産ガスによる真空掃気、ガス流減圧工程により得られたガスによる真空掃気、同時化された圧力平準化及び生産ガス再加圧、同時化された供給と生産の諸工程よりなる。生産ガスの再加圧及び生産ガスによる掃気は、貯蔵タンクに貯蔵された生産ガスによって行なう。圧力平準化のためのガスは、同時化されたガス流減圧工程及び排気工程における吸着床から得られる。

【0019】米国特許第4,781,735号及びヨーロッパ特許出願第0273723号には、吸着、供給間又は二重端圧力平準化、ガス流減圧、排気、ガス流減圧工程によって得られたガスによる真空掃気、供給工程において吸着床から得られた生産ガスの再加圧、同時化された供給ガス再加圧及び供給ガス間又は二重端圧力平準化の各工程からなる3個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法が記載されている。

【0020】ヨーロッパ特許出願第0354259号には、吸着、ガス流減圧、排気、ガス流減圧工程から得られたガスによる圧力平準化及び供給ガス再加圧の諸工程からなる2個の吸着床を使用したO<sub>2</sub>-VSA法の概略が記載されている。又吸着工程において吸着床からの生産ガスによる真空掃気についても選択的に行なわれる記載もある。

【0021】米国特許第4,969,935号には、吸着、同時化されたガス流減圧及び向流的排気、向流的排気、生産ガスによる真空掃気、生産端間の圧力平準化、これに続くガス流減圧工程からのガスを使用した生産端と供給端の圧力平準化及び生産ガスの再加圧の諸工程よりなる3個の吸着床を使用したO<sub>2</sub>-VSA法について記載されている。

【0022】米国特許第5,015,271号には、吸着、同時化されたガス流減圧及び向流的排気又は給気、向流的排気、同時化された生産ガス間の圧力平準化と供給ガスの再加圧又は真空掃気、同時化された供給ガスと生産ガスの再加圧、及び供給ガスの再加圧の諸工程よりなるO<sub>2</sub>-VSA法について記載されている。

【0023】フランス国特許W091/12874、PCT/FR91/00164号には、吸着、減圧、排気、生産ガスによる真空掃気、圧力平準化及び再加圧の基本的諸工程からなる2個の吸着床を持ったO<sub>2</sub>-VSA法について記載されている。

【0024】

【発明が解決しようとする課題】これら多数の先行技術が開示されているにも拘らず、尚O<sub>2</sub>-VSA法においては、酸素の大規模生産（日産量100トン以上）において、現行の操業よりも高い収率、換言すれば低いエネルギーコスト、及び酸素生産単位当たりの低い吸着剤使用量、換言すれば低い投資コストを達成することが要求

されている。

【0025】本発明は上記の要求に鑑み、3個の吸着床（以下、3吸着床という。）を備えたO<sub>2</sub>-VSA法において、空気から酸素を生産するに際して、より高い酸素収率で、且つ酸素生産量当たりの吸着剤の使用量を少なくし得るような操業方法を確立することを目的とするものである。

【0026】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するための本発明は、以下の3つの発明により構成されている。

【0027】即ち、本発明の第1の発明は、容易吸着性ガス成分を選択的に吸着することのできる吸着剤を充填した複数個の吸着床において、複数のガス成分を含む混合ガスから容易吸着性ガス成分を非容易吸着性ガス成分から選択的に分離する方法であって、(a)容易吸着性ガス成分と非容易吸着性ガス成分とを含む供給ガスを、高圧下において、該容易吸着性ガス成分を選択的に吸着する吸着剤を充填した第1の吸着床の入口に導入し、容易吸着性ガス成分を該吸着剤に吸着させると同時に非容易吸着性ガス成分を未吸着のまま該第1の吸着床を通過させる操作を、容易吸着ガス成分の吸着が吸着床の出口に達するようになるまで行なわせた後、該混合供給ガスの導入を停止する工程、(b)該供給ガスの該第1の吸着床への導入の停止に引き続いて、中間処理工程を経ることなく、該吸着床を低圧に減圧しながら該混合ガスを該第1の吸着床から並流的に除去し、該複数個の吸着床における他の吸着床の出口に低圧で向流的に流して該他の吸着床から該容易吸着性ガス成分を掃気する工程、(c)真空状態下の該第1の吸着床を向流的に排気して、該容易吸着性ガス成分を極く低圧でさらに除去する工程、(d)工程(b)での該複数個の吸着床における他の吸着床からの減圧された並流的な混合ガスで該第1の吸着床を向流的に掃気して該第1の吸着床から容易吸着性ガスをさらに十分に除去する工程、(e)工程(a)での該複数個の吸着床における他の吸着床からの非容易性ガス成分と供給ガスとで該第1の吸着床を再加圧する工程からなり、(f)各複数個の吸着床において、工程(a)から(e)までを連続して行なうことを特徴とする真空スイング吸着法によるガス成分の分離方法である。

【0028】そして本発明における好ましい実施態様を列挙すると次の如くである。即ち、該吸着床は、先ず供給混合ガスで再加圧され、次いで該非容易吸着性ガス成分で再加圧されること、該吸着床は、常圧の供給混合ガス及び高圧の供給混合ガスで再加圧されること、該吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスで再加圧され、次いで非容易吸着性ガス成分で再加圧されること、該吸着床は、先ず常圧の供給混合ガスで再加圧され、次いで高圧の供給混合ガスで再加圧され、最後に非容易吸着性ガス成分で再加圧されること、該吸着床は、先ず非容易吸着性ガ



ス成分で再加圧され、次いで供給混合ガスで再加圧されること、該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分で再加圧され、次いで常圧の供給混合ガスで再加圧されること、該吸着床は、先ず非容易吸着性ガス成分で再加圧され、次いで常圧の供給混合ガスで再加圧され、最後に高圧の供給混合ガス成分で再加圧されること、該吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び供給混合ガスを同時に用いて再加圧されること、該吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び常圧の供給混合ガスを同時に用いて再加圧されること、該吸着床は、非容易吸着性ガス成分及び高圧の供給混合ガスを同時に用いて再加圧されること、該工程は、少くとも4個の吸着床によって行なわれ、同時に工程(a)の部分においては、少くとも2個の吸着床によって行なわれること、該供給混合ガスは空気であり、該容易吸着性ガス成分は窒素であり、該非容易吸着性ガス成分は酸素であること、並流による減圧を終えた吸着床は、複数個の吸着床のうちの向流による掃気を終えた他の吸着床の圧力平準化を行なうためにさらに並流による減圧を行ない、一方これと同時に先の吸着床の向流による排気を行なうこと、等である。

【0029】又本発明の第2の発明は、容易吸着性ガス成分を選択的に吸着することのできる吸着剤を充填した複数個の吸着床において、複数のガス成分を含む混合ガスから容易吸着性ガス成分を非容易吸着性ガス成分から選択的に分離する方法であって、(a)容易吸着性ガス成分と非容易吸着性ガス成分とを含む供給ガスを、高圧下において、該容易吸着性ガス成分を選択的に吸着する吸着剤を充填した第1の吸着床の入口に導入し、容易吸着性ガス成分を該吸着剤に吸着させると同時に非容易吸着性ガス成分を未吸着のまま該第1の吸着床を通過させる操作を、容易吸着ガス成分の吸着が吸着床の出口に達するようになるまで行なわせた後、該混合供給ガスの導入を停止する工程、(b)該供給ガスの該第1の吸着床への導入の停止に引き続いて、中間処理工程を経ることなく、該吸着床を低圧に減圧しながら該混合ガスを該第1の吸着床から並流的に除去し、該複数個の吸着床における第2の吸着床の出口に低圧で向流的に流して該他の吸着床から該容易吸着性ガス成分を掃流する工程、(c)該第1の吸着床からさらに該混合ガスを除去するため、該複数個の吸着床のうち(e)工程での向流的掃気を終えた他の吸着床と該第1の吸着床との圧力平準化を行なうために、該第1の吸着床を並流的に減圧する工程、(d)真空状態下の該第1の吸着床を向流的に排気して、該容易吸着性ガス成分を極く低圧でさらに除去する工程、(e)該第1の吸着床から容易吸着性ガスをさらに十分に除去するために、該複数個の吸着床のうちの工程(b)を行なった他の吸着床からの並流的な減圧混合ガスで該第1の吸着床を向流的に掃流する工程、(f)該第1の吸着床と該複数個の吸着床のうちの工程(c)の並流的な減圧化を行なった他の吸着床とをより高い圧力で

向流的に圧力平準化する工程、(g)該第1の吸着床を、該複数個の吸着床のうちの工程(a)を行なった他の吸着床からの非容易性ガス成分及び供給ガスとで再加圧する工程、

【0030】(h)複数個の吸着床の各吸着床において、工程(a)から工程(g)までを連続して行なうことを特徴とする真空スイング吸着法によるガス成分の分離方法である。

【0031】上記本発明の第2の発明の工程においては、他の吸着床と圧力平準化するために工程(c)における並流による減圧を行なうと同時に該第1の吸着床の向流による排気を行なってもよいし、その際該工程を2個の吸着床を使用して行なってもよい。

【0032】又本発明の第3の発明は、窒素を選択的に吸着することのできる3個の吸着床において、空気中の窒素を酸素から選択的に分離する方法であって、(a)供給空気を、高圧下において、窒素を選択的に吸着する吸着剤を充填した第1の吸着床の入口に導入し、窒素を該吸着剤に吸着させると同時に酸素を未吸着のまま該第1の吸着床を通過させる操作を、該吸着剤による窒素の吸着が吸着床の出口端に達するようになるまで行なわせた後、該空気の第1の吸着床への導入を停止する工程、(b)空気の該第1の吸着床への導入停止に引き続いて、中間処理工程を経ることなく、該吸着床を並流的に減圧して空腔介在ガスおよび酸素を該第1の吸着床から除去し、該空腔介在ガス及び酸素を3個の吸着床のうちの他の吸着床の出口に低圧で流して該他の吸着床から該窒素を向流的に掃気する工程、(c)該第1の吸着床からさらに該空腔介在ガスと窒素を除去するため、3個の吸着床のうちの(e)工程での向流的な掃気を終えた他の吸着床と該第1の吸着床との圧力平準化を行なうために、該第1の吸着床を並流的に減圧する工程、(d)該第1の吸着床を真空状態になるように向流的に排気して、該空腔介在ガス及び窒素を極く低圧でさらに除去する工程、(e)該第1の吸着床から空腔介在ガスを及び窒素をさらに十分に除去するために、該4個の吸着床のうちの工程(b)を行なった他の吸着床からの並流的に減圧化された空腔介在ガス及び窒素ガスで該第1の吸着床を向流的に掃気する工程、(f)該第1の吸着床及び該3個の吸着床のうちの工程(c)の並流的な減圧化を行なった他の吸着床をより高い圧力で向流的に圧力平準化する工程、(g)該第1の吸着床を、該4個の吸着床のうちの工程(a)を行なった他の吸着床からの酸素及び供給空気とで再加圧する工程、(h)該3個の吸着床の各吸着床において、工程(a)から工程(g)までを連続相下で行なうことを特徴とする真空スイング吸着法によるガス成分の分離方法である。

【0033】上記本発明の第3の発明の工程において好ましい実施態様を列挙すると次の如くである。即ち、該供給空気の圧力は、14~30psiaの範囲であるこ

と、該供給空気の圧力は、14～24 psiaの範囲であること、該工程(c)における他の吸着床と圧力平準化するための並流による減圧を行なうと同時に該第1の吸着床の向流による排気を開始すること、該工程を2個の吸着床で行なうこと等である。

【0034】

【作用】次に本発明の詳細及びその作用について説明する。

【0035】先ず、圧力平準化工程を含まない本発明の第1の発明における好ましい実施態様（以下第1の実施態様という）について説明する。

【0036】第1の実施態様は、以下の工程からなる。

【0037】1. 吸着工程(A)

2. 並流での減圧化(DP)工程

3. 向流での排気(DES)工程

4. 向流での掃気工程(PU)工程

5. 再加圧工程 該再加圧工程の操作として、生産ガスの再加圧(PRP)に引き続いて供給ガスの再加圧を行なうか、又は供給ガスの再加圧に引き続いて生産ガスの再加圧を行なうか、又は生産ガスと供給ガスの同時再加圧を行なう。尚供給ガスの再加圧操作は、さらに2つの操作法に分かれる。

【0038】第1は常圧空気による再加圧(AARP)であり、第2は、高圧供給ガスによる再加圧(Feed RP)(15～30 psia)である。

【0039】上記のうち同時加圧化を含む第1の実施態様についての工程サイクル図を表1に示した。

【0040】

【表1】

### 3吸着床O<sub>2</sub>-VSA法

#### 吸着床

#						
A	A	DP	DES	PU	PRP	
					AARP	FEED RP
B	RU	PRP	A	DP	DES	
		AARP	FEED RP			
C	DP	DES	PU	PRP	A	
				AARP	FEED RP	

【0041】

A . . . . . 吸着(供給)工程

DP . . . . . 並流減圧化工程

DES . . . . . 向流排気工程

PU . . . . . 向流真空掃気工程

PRP . . . . . 生産ガス再加圧工程

AARP . . . . . 常圧空気再加圧工程

FEED PR . . . . . 高圧供給ガス再加圧工程

次に、第1の実施態様による本発明の工程サイクルを順を追って説明する。

#### 1. 吸着(A)工程

吸着工程の手順は、次の通りである。

【0042】a. 空気中の水、二酸化炭素及び窒素を選

択的に吸着可能な吸着剤を1個又は2個以上充填した吸着床に14.5～30 psiaの圧力及び0～150°Fの温度の空気からなる供給ガスを流す。

【0043】b. 供給圧力において、生産されたO<sub>2</sub>からなる排出ガス流を引き出す。該排出ガス流の製品の一部を工程5における吸着床のガスの再加圧化に使用し、残部をO<sub>2</sub>製品とする。

【0044】c. 予め設定されたサイクル時間になるか、又は排出ガス流中の不純物窒素が予め設定された濃度になると手順1(a)及び手順1(b)の操作を停止する。この状態の吸着床を、以後「使用済みの吸着床」と称する。

【0045】何故ならば、該吸着床は供給ガスからの窒



素を除去する能力を使い果たした状態となるからである。

## 2. ガス流減圧化 (D P) 工程

ガス流減圧工程の手順は、次の通りである。

【0046】a. 使用済みの吸着床からのガス流の流通を停止して他のV S A吸着床に移す。

【0047】b. 工程サイクルの工程4におけるV S A吸着床の生産端と使用済みの吸着床の生産端とを結ぶことにより、使用済みの吸着床における圧力を吸着可能圧力水準から、「中間圧力」水準(7.7~21 p s i a)まで低下させる。

【0048】c. 使用済みのV S A吸着床の圧力が予め定めた中間圧力水準に達したとき上記手順bの操作を停止する。該「中間圧力」は、供給ガス圧力と手順3の操作終了時のV S A吸着床における最低排気圧力との平均圧力に近いが、それよりも低くないのが好ましい。

## 3. 向流による排気 (D E S) 工程

該排気工程の手順は、次の通りである。

【0049】a. 使用済みのV S A吸着床の供給ガス又は供給ガス端と生産ガス端間とを結ぶことにより、使用済みの吸着床の圧力を中間圧力水準から「最低圧力」水準(1.0~10 p s i a)になるまで低下させる。

【0050】b. 吸着床の圧力が予め定められた上記最低水準になるまで、上記手順3aの操作を継続する。

## 4. 向流による掃気 (P U) 工程

該掃気工程の手順は、次の通りである。

【0051】a. 供給ガス端からのV S A吸着床の排気を継続する。

【0052】b. この吸着床の生産ガス端と本工程サイクル中の工程2における他のV S A吸着床とを連結する。

【0053】c. この吸着床における圧力が、「低」水準(1.2~20 p s i a)に達し、又工程2におけるV S A吸着床の圧力が中間圧力水準に達するまで、上記4a及び4bの手順による動作を継続する。

## 5. 再加圧工程

再加圧工程の手順は、次の通りである。

【0054】a. 上記の吸着床の排気を停止し、他の吸着床の排気を開始する。該排気を停止した吸着床は、空気からのN<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O及びCO<sub>2</sub>の吸着能力が回復しているので、今後は「再生吸着床」と称する。

【0055】A. 生産ガスと常圧空気及び／又は供給ガスとの同時再加圧 (P R P / A A R P 及び／又は F R P) を行なう

該操作の手順は、次の通りである。

【0056】b. 再生吸着床の生産ガス端と本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端とを連結し、再生吸着床の供給ガス端を開放するか、再生吸着床の供給ガス端を供給ガスブローに連結する。

【0057】又は、再生吸着床の生産ガス端と本工程サ

イクルの工程1における吸着床の生産ガス端とを連結し、再生吸着床の供給ガス端を開放し、b<sub>1</sub>上記操作を再生吸着床の圧力が常圧又は常圧近くなるまで継続する。

【0058】b<sub>2</sub>再生吸着床の供給ガス端と常圧空気との結合を絶ち、該供給ガス端と供給ガスブローとを連結する。

【0059】c. 上記手順bの操作を再生吸着床の圧力が、予め定められた吸着可能圧力に等しいか、それに近く定められた圧力水準に達するまで継続する。

【0060】又は他の態様として、

B. 生産ガスによる再加圧後引き続いて常圧空気及び／又は供給ガスによる再加圧 (P R P / A A R P 及び／又は F R P) を行なう

該操作の手順は、次の通りである。

【0061】b. 再生吸着床の生産ガス端と本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端とを連結する。

【0062】c. 上記手順bの操作を再生吸着床の圧力が、予め定められた吸着可能圧力よりも低い圧力水準に達するまで継続する。

【0063】d. 生産ガスの再加圧化を停止し、再生吸着床の供給ガス端と常圧空気に対して開放するか、又は該供給ガス端を供給ガスブローに連結する。

【0064】又は、生産ガスの再加圧化を停止し、再生吸着床の供給ガス端を常圧空気に対して開放する。

【0065】d<sub>1</sub>上記操作を再生吸着床における圧力が常圧空気に等しくなるか、又はそれに近くなるまで継続する。

【0066】d<sub>2</sub>再生吸着床の供給ガス端と常圧空気との結合を絶ち、該供給ガス端と供給ガスブローとを連結する。

【0067】c. 上記の操作を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0068】又は他の態様として

C. 常圧空気及び／又は供給ガスによる再加圧後生産ガスによる再加圧を行なう

該操作は、次の手順で行なわれる。

【0069】b. 再生吸着床の供給ガス端を常圧空気に連結するか、該供給ガス端を供給ガスブローに連結する。

【0070】又は、再生吸着床の供給ガス端を常圧空気に対して開放するb<sub>1</sub>上記手順を再生吸着床における圧力が常圧空気に等しくなるか、又はそれに近くなるまで継続する。

【0071】b<sub>2</sub>再生吸着床の供給ガス端と常圧空気との結合を絶ち、該供給ガス端と供給ガスブローとを連結する。

【0072】c. 上記の常圧空気及び／又は供給ガスの

再加圧化工程を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0073】d. 常圧空気及び／又は供給ガスの再加圧化工程を停止し、再生吸着床の生産ガス端を本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端と連結する。

【0074】e. 上記の操作を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0075】以上の操作を終了した吸着床は、さらに本工程サイクルの新しい操作サイクルを繰り返すことになる。

【0076】次に圧力平準化工程を含む本発明の第2の発明についての好ましい実施態様について説明する。

【0077】第2の実施態様は、以下の手順を行なう。

【0078】1. 吸着工程 (A)

2. 掃気用ガス供給のための並流による減圧 (DP1) 工程

3. 圧力平準化用ガス供給のための並流による減圧 (DP2) 工程及び随意的に同時に開始される向流による排気工程

4. 向流による排気 (DES) 工程

5. 向流による掃気 (PU) 工程

6. 圧力平準化 (PE) 工程

7. 再加圧工程、該再加圧工程の操作として、生産ガスによる再加圧 (PRP) を行なうか、又は生産ガスによる再加圧 (PRP) 後、引き続いて供給ガスによる再加圧を行なうか、又は供給ガス及び生産ガスの両者による同時再加圧を行なう方法に分けられる。尚、供給ガスの再加圧操作はさらに2種の操作に分類される。第1は常圧空気によるもの (AARP) で、第2は、高圧供給ガスによるもの (Feed RP) である。

【0079】この実施態様における工程サイクル表を表2に示した。

【0080】

【表2】

### 3吸着床O<sub>2</sub>-VSA法

#### 吸着床

井

A	A	DP1	DP2	DES	PU	PE	PRP	
B	PU	PE	PRP		A	DP1	DP2	DES
C	DP1	DP2	DES	PU	PE	PRP		A

【0081】A・・・吸着 (供給) 工程

DP1・・・掃気用ガス供給のための第1回並流減圧化工程

DP2・・・圧力平準化ガス供給及び随意的な向流排気の同時開始のための第2回並流減圧化工程

DES・・・向流排気工程

PU・・・向流真空掃気工程

PRP・・・生産ガス再加圧化工程

次に、第2の実施態様による本発明の工程サイクルを順を追って説明する。

1. 吸着 (A) 工程

吸着工程の手順は、次の通りである。

【0082】a. 空気中の水、二酸化炭素及び窒素を選択的に吸着可能な吸着剤を1個又は2個以上充填した吸着床に14~30psiaの圧力及び約0~150°Fの温度の空気からなる供給ガスを流す。

【0083】b. 供給圧力において、生産されたO<sub>2</sub>からなる排出ガス流を引き出す。該排出ガス流の製品の一部を工程7における吸着床のガスの再加圧化に使用し、残部をO<sub>2</sub>製品とする。

【0084】c. 予め設定されたサイクル時間になるか、又は排出ガス流中の不純物窒素が予め設定された濃度になると手順1 (a) 及び手順1 (b) の操作を停止する。この状態の吸着床は先にも述べたように「使用済み吸着床」である。

2. ガス流減圧 (DP1) 工程

ガス流減圧工程の手順は、次の通りである。

【0085】a. 使用済みの吸着床からのガス流の流通を停止して他のVSA吸着床に移す。

【0086】b. 本工程サイクルの工程5におけるVSA吸着床の生産端と使用済みの吸着床の生産端とを結ぶ

ことにより、使用済みの吸着床における圧力を吸着可能圧力水準から、「中間圧力」水準（11.5～25 psia）まで低下させる。

【0087】c. 使用されたVSA吸着床の圧力が予め定められた中間圧力水準に達したとき、上記手順bの操作を停止する。

### 3. ガス流減圧化（DP2）工程

該排気工程の手順は、次の通りである。

【0088】a. 使用済みのVSA吸着床の供給ガス又は供給ガス端と本工程サイクルの工程6における生産ガス端間とを結ぶことにより、使用済みの吸着床の圧力を中間圧力水準から「より低い圧力」水準（7.7～21.3 psia）まで低下させる。

【0089】b. 使用済みのVSA吸着床の圧力が予め定められた「より低い圧力」水準に達したとき上記手順の操作を停止する。該圧力は、本工程サイクルにおける工程2及び工程5終了時におけるVSA吸着床の平均圧力であることが好ましい。

【0090】c. 随意的に、上記手順aと同時に使用済みVSA吸着床の向流による排気を開始する。

### 4. 向流による排気（DES）工程

該排気工程の手順は、次の通りである。

【0091】a. 使用済みのVSA吸着床の供給ガス又は供給ガス端と生産ガス端間とを連結することによって、使用済みの吸着床の圧力を中間圧力水準から「最低圧力」水準（1.0～10 psia）になるまで低下させる。

【0092】b. 吸着床の圧力が予め定められた上記最低水準になるまで、上記手順4aの操作を継続する。

### 5. 向流による掃気（PU）工程

該掃気工程の手順は、次の通りである。

【0093】a. 供給ガス端からのVSA吸着床から排気を継続する。

【0094】b. この吸着床の生産ガス端と本工程サイクル中の工程2における他のVSA吸着床とを連結する。

【0095】c. この吸着床における圧力が、「低」水準（1.2～20 psia）に達し、又工程2におけるVSA吸着床の圧力が中間圧力水準に達するまで、上記5a及び5bの手順による操作を継続する。

### 6. 圧力平準化（PE）工程

該圧力平準化工程の手順は、次の通りである。

【0096】a. 上記の吸着床の排気を停止し、他の吸着床の排気を開始する。該排気を停止した吸着床は、空気からのN<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O及びCO<sub>2</sub>の吸着能力が回復しているので、前述したように「再生吸着床」と称する。

【0097】b. 再生吸着床の生産ガス端と本工程サイクルの工程3の生産ガス端とを連結する。

【0098】c. 上記の操作を予め定められた時間又は該吸着床の圧力が予め定められた低い圧力水準に達する

まで継続する。

### 7. 再加圧工程

該再加圧工程の手順は、次の通りである。

【0099】a. 再生吸着床の圧力平準化操作を停止する。

【0100】A. 生産ガス再加圧（PRP）を行なう

該操作の手順は、次の通りである。

【0101】b. 圧力平準化された再生吸着床の生産ガス端と本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端とを連結する。

【0102】c. 上記手順bの操作を圧力平準化再生吸着床の圧力が、予め定められた吸着可能圧力に等しいか、それに近い圧力水準に達するまで継続する。

【0103】又は他の態様として、

B. 生産ガス及び常圧空気及び／又は供給ガスの同時再加圧（PRP/AARP及び／又はFRP）操作を行なう

該操作の手順は、次の通りである。

【0104】b. 再生吸着床における生産ガス端と本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端とを結合し、再生吸着床の生産ガス端を常圧空気に対して開放するか、又は再生吸着床の供給ガス端を供給ガスブローと連結する。

【0105】又は、再生吸着床における生産ガス端と本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガスとを連結し、再生吸着床の生産ガス端を常圧空気に対して開放する。

【0106】b1 上記の手順を再生吸着床における圧力が常圧に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0107】b2 再生吸着床の供給ガス端と常圧空気との結合を絶ち、該供給ガス端と供給ガスブローとを連結する。

【0108】c. 上記の手順を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0109】又は他の態様として、

C. 生産ガスによる再加圧に引き続いて常圧空気及び／又は供給ガスによる再加圧（PRP/AARP及び／又はFRP）を行なう

該操作は、次の手順で行なわれる。

【0110】b. 再生吸着床の生産ガス端と本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端とを連結する。

【0111】c. 上記手順bの操作を再生吸着床の圧力が、予め定められた吸着可能圧力よりも低い圧力水準に達するまで継続する。

【0112】d. 生産ガスの再加圧化を停止し、再生吸着床の供給ガス端を常圧空気に対して開放するか、又は該供給ガス端を供給ガスブローに連結する。

【0113】又は、生産ガスの再加圧化を停止し、再生

吸着床の供給ガス端を常圧空気に対して開放する。

【0114】d<sub>1</sub> 上記操作を再生吸着床における圧力が常圧空気に等しくなるか、又はそれに近くなるまで継続する。

【0115】d<sub>2</sub> 再生吸着床の供給ガス端と常圧空気との結合を絶ち、該供給ガス端と供給ガスパワーとを連結する。

【0116】c. 上記の操作を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0117】又は他の態様として、

D. 常圧空気及び／又は供給ガスによる再加圧後引き続いて生産ガスによる再加圧を行なう

該操作は、次の手順で行なわれる。

【0118】b. 再生吸着床の供給ガス端を常圧空気に連結するか、該供給ガス端を供給ガスパワーに連結する。

【0119】又は、再生吸着床の供給ガス端を常圧空気に対して開放する。

【0120】b<sub>1</sub> 上記手順を再生吸着床における圧力が常圧空気に等しくなるか、又はそれに近くなるまで継続する。

【0121】b<sub>2</sub> 再生吸着床の供給ガス端と常圧空気と

の結合を絶ち、該供給ガス端と供給ガスパワーとを連結する。

【0122】c. 上記の常圧空気及び／又は供給ガスの再加圧化工程を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0123】d. 常圧空気及び／又は供給ガスの再加圧化工程を停止し、再生吸着床の生産ガスを本工程サイクルの工程1における吸着床の生産ガス端と連結する。

【0124】e. 上記の操作を再生吸着床の圧力が予め定められた吸着可能圧力水準に等しいか、それに近くなるまで継続する。

【0125】以上の操作を終了した吸着床は、さらに本工程サイクルの新しい操作サイクルを開始するために用いる。

【0126】本発明において、採用される各実施態様によって概略工程表及びこれに用いる装置は若干異なってくる。図1は同時再加圧を採用した場合の第1実施態様の概略を示すものである。表3は、典型的なサイクル時間でのバルブ操作の概略を示すものである。

【0127】

【表3】

バルブ操作：3吸着床O<sub>2</sub>-VSA法

時 間	バルブ #										○ : 開放
sec	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
0-10	○				○						
10-20	○					○		○			
20-30	○			○				○			
30-40				○				○		○	
40-50		○		○					○		
50-60		○		○			○				
60-70		○					○				
70-80			○		○		○			○	
80-90	○				○		○			○	

時 間	バルブ #								○ : 開放
sec	11	12	13	14	15	16	17	18	
0-10	○				○	○			
10-20	○		○						
20-30	○		○						
30-40				○				○	
40-50				○		○			
50-60				○		○			
60-70		○	○						
70-80							○		
80-90							○		

本発明の図1及び表1及び表3に示した工程における典型的な操業条件での工程サイクルの詳細を以下に説明する。

【0128】ガス供給用ブロワーにより供給圧力(21 p s i a)まで圧縮された空気は、バルブ1を開くことによって配管100を通して、予め吸着可能圧力まで加

圧された吸着床Aに導入される。該吸着床Aには予め空気から水分、二酸化炭素及び窒素を選択的に除去するための吸着剤が充填されている。これにより生産された酸素ガスはバルブ11を開くことにより配管104に引き出される。

【0129】供給ガス流は定められた時間後、又は吸着床Aからの流出ガス中の窒素濃度が予め定められた限界値に達すると直ぐバルブ4を開くことにより吸着床Bへと切り替えられる。吸着床Aの圧力はバルブ10を開き、吸着床Aと吸着床Cをバルブ18を開いて配管105によって連結することにより減圧される。

【0130】吸着床Cは、バルブ8を開くことにより配管102によって排気される。バルブ10、バルブ18及びバルブ8は、定められた時間又は吸着床Aの圧力が定められた圧力13.5psiaになったときに閉じ、バルブ2を開くことにより配管102を経て吸着床Aは排気される。バルブ12及びバルブ13は、吸着床Bのガス供給工程が終了し、吸着床Aの圧排気水準圧力の約4psiaに達すると開かれる。

【0131】バルブ2、バルブ12及びバルブ13は、定められた時間が経過するか又は吸着床Aにおける圧力が該吸着床Aが配管106を通して真空掃気される圧力

である6psiaに達すると閉じられ、次いでバルブ3及びバルブ10が開かれる常圧空気の供給及び生産ガスの再加圧がそれぞれ配管103及び配管105を経て同時に行なわれる。バルブ3は、定められた時間が経過するか、吸着床Aの圧力が約13.5psiaに達したときに閉じられ、バルブ3とバルブ1が開かれる。そして、吸着床Aは、配管100の高圧供給空気によって、約21psiaに加圧される。

【0132】次にバルブ10を閉じ、バルブ11を開いて生産された酸素を配管104を通して除去する。この操作によって吸着床Aは次の吸着工程を再開する準備が整った状態となる。その他の各吸着床においても、これと同様の操作が行なわれる。尚、バルブ19は生産ガスの再加圧の際に開かれ、又バルブ20は、掃気の際に開かれる。

【0133】表4は、生産ガスの再加圧を採用した第2の実施態様における一連のバルブ操作の概要を示したものである。バルブ番号及び工程サイクルの概要はそれぞれ図1及び表2を参照されたい。この実施態様においては、バルブ19及びバルブ20は閉じたままである。

【0134】

【表4】

バルブ操作：3吸着床 $O_2$ -VSA法

時 間	バルブ#										* : 不使用	○ : 開放
sec	1	2	3*	4	5	6*	7	8	9*	10*		
0-5	○				○							
5-10	○											
10-30	○								○			
30-35				○					○			
35-40				○								
40-60		○		○								
60-65		○							○			
65-70									○			
70-90					○				○			

時 間	バルブ#								* : 不使用	○ : 開放
sec	11	12	13*	14	15	16*	17	18		
0-5	○				○			○		
5-10	○				○			○		
10-30	○	○			○					
30-35		○		○				○		
35-40		○		○				○		
40-60				○	○			○		
60-65		○			○			○		
65-70		○			○			○		
70-90		○						○	○	

【0135】

【実施例】次に本発明の実施例について述べる。

【0136】両者の好ましい実施例として、3個の8フィート×4インチの容器を有する開発試験用装置を使用して試験を行なった。これらの容器には2種の異なる型の吸着剤を充填した。空気から水分及び二酸化炭素を除去するために使用されるゼオライトNa-Xをこれら筒状の容器のガス供給端側に充填し、 $N_2$ 及び $O_2$ 分離用に使用されるゼオライトCa-Xを容器のガス生産端側に充填した。この装置により生産される酸素の純度は9

3%であった。

【0137】表5は本発明の第1の好ましい実施例と従来法とについて、再加圧を生産された酸素によって完全に実施した場合における操業結果の比較を行なったものである。表5の結果よりわかるように、本発明の第1の好ましい実施例においては、従来法による場合に比べて、酸素の単位生産量当たりの吸着剤の使用量が少なくて済み、又高い酸素回収率を示している。

【0138】

【表5】

項 目	従 来 法 (英国特許GB2109266B)	本 発 明 法 (第1の実施態様)
$O_2$ 回収率(%)	53	63
吸着剤(1b)/ $O_2$ (1b・モル)	1	0.84

表6は本発明の第2の好ましい実施態様と従来法とについて、圧力平準化を実施しなかった場合における操業結

果の比較を行なったものである。表6の結果よりわかるように、本発明の好ましい第2の実施態様においては、



従来法による場合に比べて、酸素の単位生産量当たりの吸着剤の使用量は僅かに多いが、酸素回収率は高い値を示している。

【0139】  
【表6】

項 目	従 来 法 (英国特許 G B 2109266B)	本 発 明 法 (第2の実施態様)
O <sub>2</sub> 回収率 (%)	57	62
吸着剤 (1 b) / O <sub>2</sub> (1 b・モル)	1	1.06

本発明の第1の実施態様及び第2の実施態様では正確には操作条件や吸着剤が幾分異なることを認識すべきである。

【0140】表7及び表8はそれぞれ各吸着床が同様の工程サイクルを有する2-吸着床構成における本発明の第1の実施態様及び第2の実施態様の概略工程サイクル表を示すものである。

【0141】各表に見られるように各吸着床における工程の相関関係は異なる。又第2の実施態様における同時向流排気工程における圧力平準化のための並流減圧工程は随意工程である。

【0142】  
【表7】

### 2吸着床O<sub>2</sub>-VSA法

#### 吸着床

#							
A	A	DP1	DES	PU	RP		
B	DES	PU	RP	A	DP1	DES	

A・・・吸着（供給）工程

DP1・・・掃気ガス供給のための第1回並流減圧化工程

DES・・・向流排気工程

PU・・・向流真空掃気工程

RP・・・他の実施態様のための任意工程下における再加圧工程

【0143】

【表8】

### 2吸着床O<sub>2</sub>-VSA法

#### 吸着床

#								
A	A	DP1	DP2	DES	PU	PE	RP	
B	DES	PU	PE	RP	A	DP1	DP2	DES

A・・・吸着（供給）工程

DP1・・・掃気ガス供給のための第1回並流減圧化工程

DP2・・・圧力平準化ガス供給及び向流排気の随意的同時開始のための並流減圧工程

DES・・・向流排気工程

PU・・・向流真空掃気工程

RP・・・他の実施態様のための任意工程の1つとして

行なわれる再加圧工程尚、少なくとも4-吸着床構成での表1又は第2実施態様において、工程（A）としてのガス供給工程（又は吸着工程）を少なくとも2-吸着床構成とすることは可能である。4-吸着床構成における工程サイクル例を表9に示す。

【0144】

【表9】

4吸着床 $O_2$ -VSA法

## 吸着床

#							
A	A	DP	EVAC	PU	RP		
C	PU	RP	A	DP	EVAC		
B	DP	EVAC	PU	RP	A		
D	A	DP	EVAC	PU	RP	A	

【0145】A・・・吸着（供給）工程

DP1・・・掃気ガス供給のための第1回並流減圧化工程

EVAC・・・向流排気工程

PU・・・向流真空掃気工程

RP・・・他の実施態様のための任意工程の1つとして行なわれる再加圧工程ガス供給を多数の吸着床で行なう態様では、掃気工程に続いて圧力平準化工程を行なうことができ、その際平準化のためのガスは吸着床から供給され、次いで並流による減圧が行なわれる。又、並流による減圧と向流による排気を同時に行なうことも可能である。5-吸着床又は6-吸着床の使用において、工程Aの供給又は吸着工程を3個の吸着床で同時に行なうことも可能である。

【0146】又、吸着剤としては、空気から水分、二酸化炭素又は窒素を選択的に分離し得るものであれば任意の吸着剤を使用できる。空気からの窒素を分離除去することの方法の1つは、再加圧に供給ガスを使用することである。しかしながら全供給ガスを再加圧することは勧められない。何故ならば、（1）この方法を採用ときは、吸着工程における $N_2$ 吸着領域の末端部が拡がり、又（2）水分や二酸化炭素の除去効率が低下するからである。これらの問題を排除するためには再加圧するためのガスを全部供給ガスとすることなく、一部を供給ガス、他の一部を生産ガスを採用する方法がある。他の解決法としては、再加圧すべき吸着床の圧力を常圧よりも低くする方法がある。これは単に導入バルブを大気圧に対して開放するのみで供給ガスにより再加圧を行なうことができる。そしてこれは一方において、供給ガス再加

圧のために使用されるガス供給用ブロワーの電力消費量を引き下げることにもなる。しかし、再加圧を吸着が常圧になるようにすることは3個の吸着床VSA法の操業にとって効率的ではない。従って常圧空気の再加圧に引き続き供給ガス又は生産ガスによる再加圧を行なうべきである。

【0147】又、再加圧のために使用される生産ガスの量を削減するもう1つの方法は、本発明の第2の実施態様のように、圧力平準化操作を行なうことである。従来技術においては、圧力平準化のためには先ず高压の吸着床の減圧を行ない、次いで掃気ガスを供給することによって減圧を行なうことが示されているが、この方法では期待されるような効果が得られない。本発明の工程サイクルにおいては、これと反対に先ず掃気ガスの供給による減圧を行ない、次いで圧力平準化のための減圧操作を行なうことによって思いがけぬ優れた効果が得られたのである。

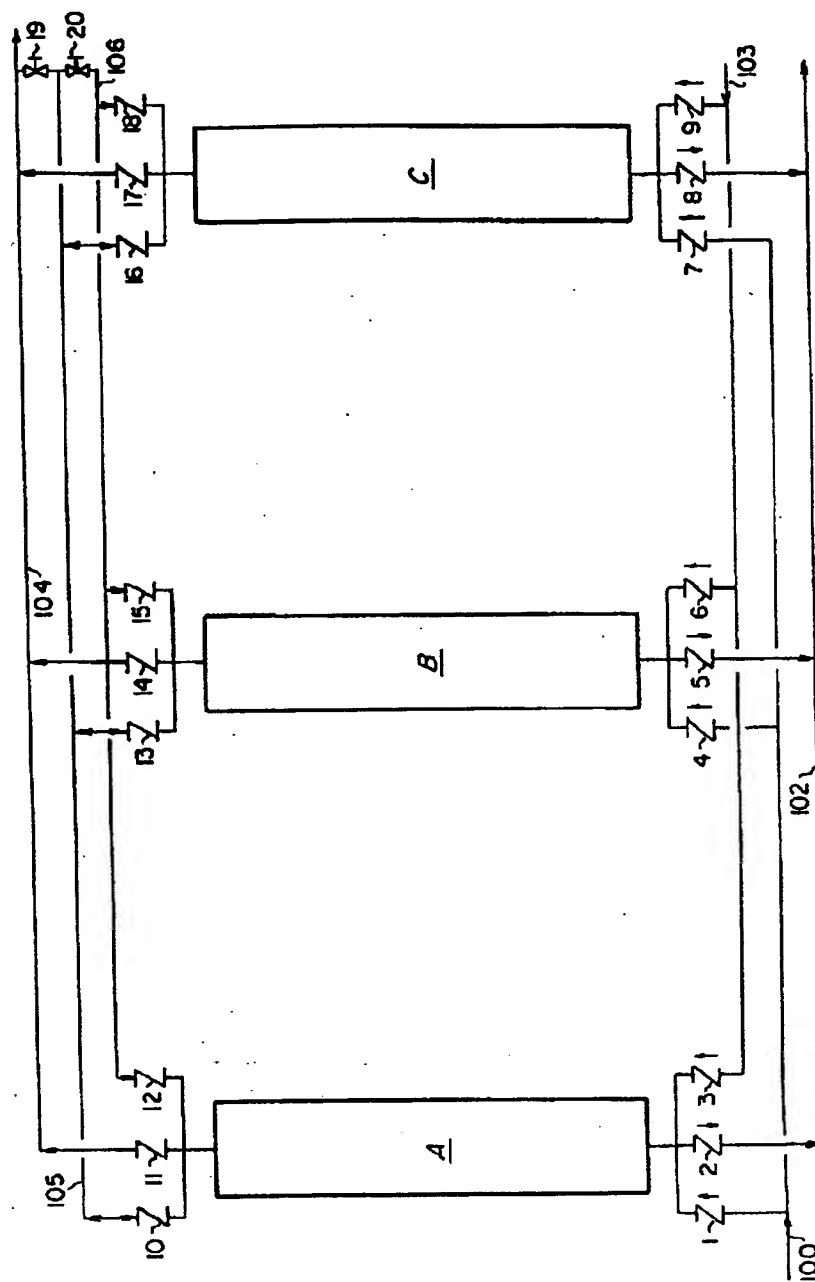
【0148】

【発明の効果】上記したように、本発明によるときは、 $O_2$ -VSA法、特に3個の吸着床を備えた $O_2$ -VSA法によって空気から酸素を生産するに際して、より高い酸素収率で、且つ酸素生産量当たりの吸着剤の使用量を少なくし得るような操業方法を提供することができる工業的に優れた発明であると云える。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の好ましい実施例を示すフローチャート図である。

【図 1】



(72) 発明者 ラヴィ. クマー  
アメリカ合衆国. 18103. ペンシルバニア  
州. アランタウン. エヌ. ツリーライン.  
ドライヴ. 991

(72) 発明者 タリック・ナヘイリ  
アメリカ合衆国、18014、ペンシルバニア  
州、バス、クター、ロード、2775

(72) 発明者 チャールズ・フランクリン・ワットソン  
アメリカ合衆国、18069、ペンシルバニア  
州、オレフィールド、ウィロー、ウェイ、  
5519